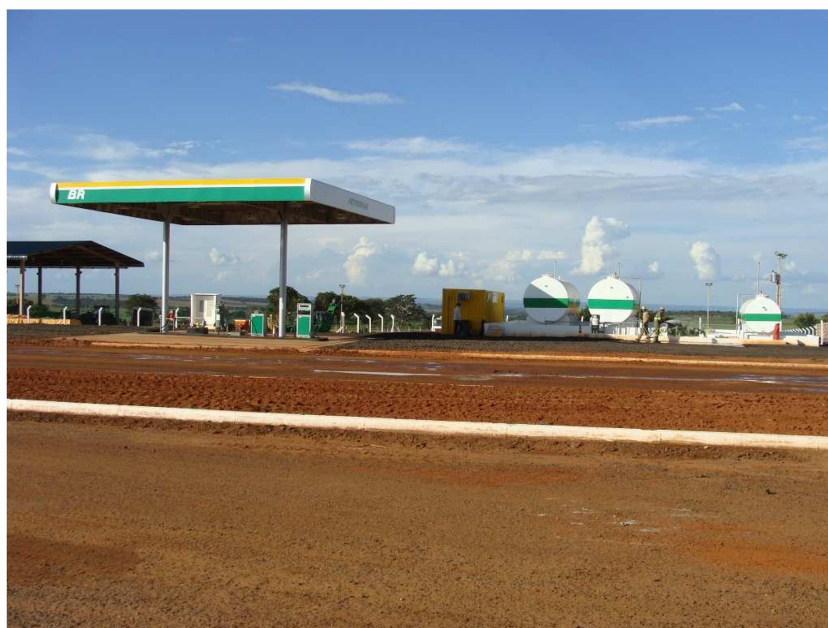
# SUGESTÕES PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S1800/ B S500/ B S10 )



**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

## I – OBJETIVO

**Com objetivo de assegurar que os combustíveis recebidos de seus fornecedores estejam dentro dos parâmetros de qualidade adequados ao uso em seus equipamentos móveis, muitos clientes tem enviado amostras esporádicas de óleo diesel ( B S1800/ B S 500/B S10 ) para laboratórios de análise de combustíveis.**

**Esta iniciativa é extremamente válida sendo, porém, necessário que se tomem algumas precauções com vistas a se evitar resultados de análises que não indicam a real qualidade do produto fornecido por práticas inadequadas de coleta de amostras e por aplicações indevidas de ensaios físico-químicos.**



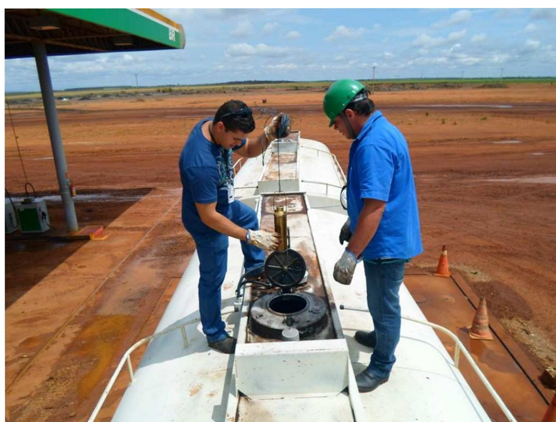


As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

## II – COLETA DE AMOSTRAS EM CAMINNHÕES-TANQUE

**II.1 – A coleta de amostras em caminhões-tanque deve ser realizada com saca-amostra através da boca de visitas. Esta forma de coleta permite a amostra seja uniforme possibilitando uma correta avaliação do produto enviado por distribuidoras idôneas, como a PETROBRAS.**





**II.2 – Muitos clientes, por não disporem do saca-amostra, efetuam coleta de amostras através da tubulação de descarga dos caminhões-tanque. É importante frisar que na tubulação de descarga e no fundo cônico dos caminhões-tanque eventualmente haverá resíduos de água, oriunda da condensação do vapor d'água quando do transporte de combustível das bases das distribuidoras até o posto de abastecimento dos clientes, bem como de particulados sólidos que ficam aderidos ao bocal de descarga do caminhão-tanque durante o deslocamento que, mesmo após cuidadosa limpeza, podem contaminar a amostra coletada.**




**Ou seja, ainda que seja efetuada drenagem do produto, o bocal de descarga do caminhão-tanque não é local ideal para a coleta de amostras representativas e confiáveis sendo o correto que amostra seja coletada de forma corrida, com saca-amostra e pela boca de visitas do caminhão-tanque.**

As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

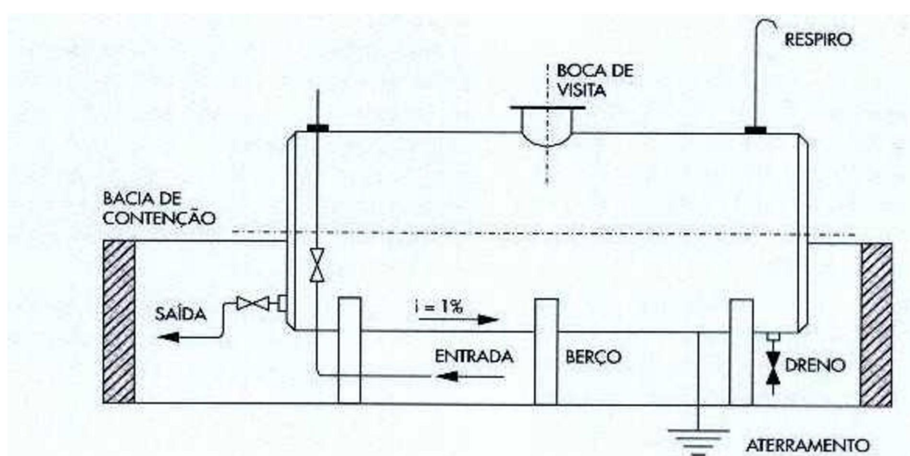
**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

## III – AMOSTRA COLETADA EM TANQUES DE ARMAZENAMENTO DE COMBUSTÍVEIS

**III.1 – Alguns clientes, com vistas a verificar a qualidade do combustível armazenado nos tanques de armazenamento de combustível, tem efetuado coletas pela válvula de drenagem.**



**III.2 – Esta prática é bastante discutível visto que os tanques de armazenamento de combustível tem inclinação na direção da válvula de drenagem, para que água e sujidades se acumulem nesta região, e não sejam succionadas para os comboios de abastecimento e equipamentos móveis quando do abastecimento.**



**III.3 - Ou seja, mesmo que se efetue a drenagem criteriosa do produto antes da coleta da amostra sempre haverá risco de contaminação da amostra coletada por água e particulados. Como se procede no caso dos caminhões-tanque, amostras de tanque de armazenamento de combustível, quando efetuadas, devem ser coletadas de forma corrida, com saca-amostra e pela boca de visita com vistas a serem uniformes, confiáveis e isentas de impurezas.**





**III.4 - Segue, abaixo, exemplos de amostras coletadas por cliente através de registro de drenagem do tanque de armazenamento de combustível em que não se efetuava drenagem há longa data. As amostras foram enviadas para análise em laboratório de análise de combustíveis e, obviamente, reprovadas.**

**Pergunta-se: haveria necessidade de se efetuar análises físico-químicas nestas amostras ?**



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

## IV – ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS A SEREM REALIZADAS EM AMOSTRA DEÓLEO DIESEL ( B S1800/B S500/ B S10 )

**IV.1 - Clientes, vez por outra, nos tem solicitado que o óleo diesel rodoviário fornecido seja especificado com base em normas técnicas oriundas de países estrangeiros. Porém, devemos ter em mente que o óleo diesel rodoviário brasileiro ( B S1800/B S500/B S10 ) tem a sua qualidade especificada pela Resolução ANP No. 65 de 09/12/2011 e somente o que está especificado nesta portaria é o que pode ser esperado e exigido pelos consumidores brasileiros ( Anexo I ).**

**IV.2 - Alguns laboratórios de prestação de serviços em análise de combustíveis tem incluído no portfólio de análises efetuadas em amostras de óleo diesel ( B S1800/B S500/ B S10 ) ensaio denominado CONTAGEM DE PARTÍCULAS com base na norma técnica ISO 4406:1999 ( Anexo II ).**

**Com respeito ao ensaio de CONTAGEM DE PARTÍCULAS gostaríamos de mencionar:**

**- Este ensaio não está incluso na relação de ensaios listados na Resolução ANP No. 65 de 09/12/2011. Portanto, não pode ser tomado como referência em critério de avaliação referente à qualidade do óleo diesel enviado pela distribuidora ao cliente.**

**- Trata-se de ensaio em que se mede o número de partículas maiores que 4 micra, 6 micra e 14 micra ( 01 micra mede 01 milésimo de milímetro ) em 01 ml ( mililitro) de amostra de combustível. Partindo do princípio que o limite de acuidade visual do olho humano é de 40 micra e que o ensaio de CONTAGEM DE PARTÍCULAS irá considerar partículas de dimensões superiores a 4/6/14 micra em 01 ml de amostra, mesmo amostras visualmente límpidas poderão não ser aprovadas neste ensaio.**

| SUBSTÂNCIA | DIMENSÃO (MICRA) |
|---|---|
| Diâmetro do Fio para Costura | 750 |
| Areia Fina | 125 |
| Sal de Cozinha | 100 |
| Diâmetro do Cabelo Humano | 80 |
| Farinha | 60 |
| Limite da Visibilidade Humana | 40 |
| Glóbulos Brancos | 25 |
| Talco em Pó | 10 |
| Glóbulos Vermelhos | 8 |
| Bactéria | 2 |

As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

## PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )

**IV.3 – A Portaria ANP No. 65 de 09/12/2012 instrui que o óleo diesel ( B S1800/B S500/ B S10 ) a ser entregue ao cliente pela distribuidora deve, após coleta realizada da forma anteriormente explicitada, ser visualmente límpido e isento de impurezas quando observada em proveta limpa de vidro.**

**Mesmo amostra visualmente límpida e isenta de impurezas pode apresentar-se não conforme no ensaio de CONTAGEM DE PARTÍCULAS não mostrando isto, no entanto, que o produto esteja fora do padrão de qualidade estabelecido pela Resolução ANP No. 65 de 09/12/2011.**




**IV.4 - O ensaio de CONTAGEM DE PARTÍCULAS tem sua eficácia em se medir a eficiência do sistema de filtração do posto de abastecimento de combustível e, portanto, pode ser realizado com esta finalidade coletando-se amostra do óleo diesel ( B S1800/ B S 500/ B S10 ) após a sua passagem pelo sistema de filtração em frasco virgem, de cor âmbar e lavado com éter industrial.**

**Por isto, a necessidade imprescindível da filtração rigorosa do óleo diesel ( B S1800/B S500/B S10 ) antes da sua utilização nos equipamentos moveis.**







As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

**IV.5 - A realização do ensaio de CONTAGEM DE PARTÍCULAS em amostras coletadas em caminhões-tanque ou de tanques de armazenamento de combustíveis ( geralmente pela tubulação de descarga ou pelo registro de drenagem ) por serem locais de concentração de água e particulados, geralmente, apresentarão valores elevados e que não refletem o real estado do óleo diesel ( B S1800/ B S500/ B S10 ) tendo em vista que o produto será submetido, ainda, a processo de filtração com vistas à retirada destes contaminantes.**





As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

## V – CONCLUSÃO

**V.1 – Amostras de óleo diesel ( B S1800/B S500/B S10 ) devem ser coletadas com saca-amostra, de forma corrida e através da bocas de visita do caminhão-tanque ou do tanque de armazenamento de combustível.**

**V.2 – Não se deve coletar amostras pela tubulação de descarga de caminhões-tanque ou pelo registro de drenagem dos tanques de armazenamento de combustível por serem locais de concentração de água e particulados.**

**V.3 – Os ensaios constantes na Resolução ANP No. 65 de 09/12/2011 são os que regulamentam a qualidade do óleo diesel no Brasil ( B S1800/B S500/ B S10 ).**

**V.5 – Ensaio de CONTAGEM DE PARTÍCULAS efetuado pela norma técnica ISO 4406:1999 são muito válidos na avaliação da eficiência sistema de filtração do óleo diesel mas não são práticos para amostras coletadas em caminhões-tanque e tanques de armazenamento de combustível haja vista que o combustível, nestes estágios, ainda não passou por processo de filtração e os resultados poderão apresentar indevidas não-conformidades.**

**V.6 – Ao invés de se efetuar coletas esporádicas de amostras de óleo diesel ( B S1800/B S500/B S10 ) o mais interessante seria se adotar procedimentos regulares de RECEBIMENTO E ARMAZENAGEM DE COMBUSTÍVEIS.**

**A PETROBRAS se dispõe a orientar os seus clientes nas práticas de RECEBIMENTO E ARMAZENAGEM DE COMBUSTÍVEIS de forma que o óleo diesel utilizado por seus clientes ( B S1800/ B S500/ B S10 ) esteja completamente de acordo com os parâmetros estabelecidos pela Resolução ANP No. 65 de 09/12/2011 e de qualidade conforme para uso em seus equipamentos móveis.**






## ANEXO I – RESOLUÇÃO ANP No. 65 DE 09/12/2011

AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS

### RESOLUÇÃO ANP Nº 65, DE 9.12.2011 - DOU 12.12.2011

O DIRETOR-GERAL da AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS - ANP, no uso de suas atribuições legais, tendo em vista as disposições da Lei nº 9.478, de 06 de agosto de 1997, alterada pela Lei nº 11.097, de 13 de janeiro de 2005, e com base na Resolução de Diretoria nº 1.100, de 8 de dezembro de 2011,

Considerando que compete à ANP implementar a política nacional do petróleo, gás natural e biocombustíveis, com ênfase na garantia do suprimento de derivados de petróleo, gás natural e seus derivados, e de biocombustíveis, em todo o território nacional;

Considerando que cabe à ANP proteger os interesses dos consumidores quanto a preço, qualidade e oferta de produtos, bem como especificar a qualidade dos derivados de petróleo, gás natural e seus derivados e dos biocombustíveis;

Considerando a necessidade de atendimento ao Programa de Controle da Poluição do Ar por Veículos Automotores - PROCONVE em sua fase L6 para os veículos leves do ciclo Diesel, com início de vigência em 1º de janeiro de 2012 de acordo com a Resolução CONAMA nº 415, de 24 de setembro de 2009; e

Considerando a necessidade de atendimento ao Programa de Controle da Poluição do Ar por Veículos Automotores - PROCONVE em sua fase P7 com início de vigência em 1º de janeiro de 2012 de acordo com a Resolução CONAMA nº 403, de 11 de novembro de 2008;

Resolve:

Art. 1º Esta Resolução tem por objetivo regulamentar as especificações dos óleos diesel de uso rodoviário, consoante as disposições contidas no Regulamento Técnico ANP nº 8/2011, parte integrante desta Resolução, e as obrigações quanto ao controle da qualidade a serem atendidas pelos diversos agentes econômicos que comercializam o produto em todo o território nacional.

§ 1º O óleo diesel produzido por processos diversos do refino de petróleo e centrais de matérias-primas petroquímicas, ou a partir de matéria-prima distinta do petróleo, depende de autorização prévia da ANP para comercialização.

§ 2º Nos casos previstos no parágrafo anterior, a ANP poderá acrescentar outras propriedades nas especificações referidas no caput de modo a garantir a qualidade necessária do produto.

Art. 2º Para efeitos desta Resolução os óleos diesel de uso rodoviário classificam-se em:

I - Óleo diesel A: combustível produzido por processos de refino de petróleo, centrais de matérias-primas petroquímicas ou autorizado nos termos do § 1º do art. 1º desta Resolução, destinado a veículos dotados de motores do ciclo Diesel, de uso rodoviário, sem adição de biodiesel;

II - Óleo diesel B: óleo diesel A adicionado de biodiesel no teor estabelecido pela legislação vigente.

Art. 3º Fica estabelecido, para efeitos desta Resolução, que os óleos diesel A e B deverão apresentar as seguintes nomenclaturas, conforme o teor máximo de enxofre:

I - Óleo diesel A S10 e B S10: combustíveis com teor de enxofre, máximo, de 10 mg/kg;



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

II - Óleo diesel A S50 e B S50: combustíveis com teor de enxofre, máximo, de 50 mg/kg;

III - Óleo diesel A S500 e B S500: combustíveis com teor de enxofre, máximo, de 500 mg/kg;

IV - Óleo diesel A S1800 e B S1800: combustíveis com teor de enxofre, máximo, de 1800 mg/kg.

Art. 4° A comercialização dos diversos tipos de óleo diesel deverá atender as seguintes disposições:

I - Nos casos previstos no Anexo I desta Resolução somente é permitida a comercialização de óleo diesel B S50;

II - É obrigatória a disponibilização de óleo diesel B S50 para garantir o abastecimento dos novos veículos automotores das fases PROCONVE L-6 e P-7, a partir de 1° de janeiro de 2012, conforme estabelecido pela ANP;

III - É proibida a comercialização de óleo diesel B S1800 nos municípios relacionados nos ANEXOS I e II.

§ 1° A partir de 1° de janeiro de 2013, os óleos diesel A S50 e B S50 serão substituídos, integralmente, pelos óleos diesel A S10 e B S10, respectivamente, quando deverão ser disponibilizados para comercialização, conforme estabelecido pela ANP.

§ 2° A partir de 1° de janeiro de 2014, o óleo diesel B S1800 de uso rodoviário deverá ser totalmente substituído pelo óleo diesel B S500.

Art. 5° Fica vedada a comercialização dos óleos diesel A ou B que não se enquadrem nas especificações estabelecidas no Regulamento Técnico, parte integrante desta Resolução.

Art. 6° O óleo diesel B de uso rodoviário comercializado no país deverá conter biodiesel em percentual determinado pela legislação vigente.

Parágrafo único. O biodiesel a ser adicionado ao óleo diesel A deverá atender à regulamentação da ANP vigente.

Seção I

Das Definições

Art. 7° Para efeitos desta Resolução define-se:

I - Produtor: empresa autorizada pela ANP ao exercício da atividade de produção de combustíveis líquidos derivados de petróleo ou de gás natural;

II - Distribuidor: empresa autorizada pela ANP ao exercício da atividade de distribuição de combustíveis líquidos derivados de petróleo, gasolina C, etanol combustível, biodiesel, óleo diesel B e outros combustíveis automotivos;

III - Importador: empresa autorizada pela ANP para o exercício da atividade de importação;

IV - Certificado da Qualidade: documento da qualidade, emitido pelo produtor e pelo importador, que deve conter todas as informações e os resultados das análises das características do produto, constantes no Regulamento Técnico, parte integrante desta Resolução;



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

# PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )

V - Boletim de Conformidade: documento da qualidade, emitido pelo distribuidor, que deve conter os resultados das análises das características do produto definidas no § 4° do art. 9°, constantes no Regulamento Técnico, parte integrante desta Resolução.

Seção II

Das obrigações

Art. 8° Os produtores e importadores de óleo diesel deverão analisar uma amostra representativa do volume a ser comercializado e emitir o Certificado da Qualidade, com identificação própria por meio de numeração sequencial anual.

§ 1° O Certificado da Qualidade deverá ser firmado pelo químico responsável pela qualidade do produto, com indicação legível de seu nome e número da inscrição no órgão de classe, inclusive no caso de cópia emitida eletronicamente.

§ 2° O Certificado da Qualidade poderá ser assinado digitalmente, conforme legislação vigente.

§ 3° Os produtores e importadores deverão manter, sob sua guarda e à disposição da ANP, pelo prazo mínimo de 2 (dois) meses, a contar da data da comercialização do produto, uma amostra-testemunha de 1 (um) litro, com o respectivo Certificado da Qualidade.

§ 4° Esta amostra deverá ser armazenada em embalagem de cor âmbar, fechada com batoque e tampa plástica com lacre, que deixe evidências em caso de violação, mantida em local protegido de luminosidade.

§ 5° A documentação fiscal e o Documento Auxiliar da Nota Fiscal Eletrônica (DANFE) referente às operações de comercialização do óleo diesel realizadas pelos produtores e importadores deverão indicar o código e descrição do produto estabelecidos pela ANP, conforme legislação vigente, além do número do Certificado da Qualidade correspondente ao produto.

§ 6° O produto, ao ser transportado, deverá ser acompanhado de cópia legível do respectivo Certificado da Qualidade.

Art. 9° O distribuidor deverá analisar uma amostra representativa do volume de óleo diesel B a ser comercializado e emitir o Boletim de Conformidade, com identificação própria por meio de numeração sequencial anual.

§ 1° O Boletim de Conformidade deverá ser firmado pelo químico responsável pela qualidade do produto, com indicação legível de seu nome e número da inscrição no órgão de classe, inclusive no caso de cópia emitida eletronicamente.

§ 2° O Boletim de Conformidade poderá ser assinado digitalmente, conforme legislação vigente.

§ 3° O Boletim de Conformidade deverá ficar sob a guarda do distribuidor e à disposição da ANP, por um período de 12 (doze) meses, contados a partir da data da comercialização.

§ 4° O Boletim de Conformidade deverá conter, pelo menos, os resultados das análises de aspecto, cor visual, ponto de fulgor, massa específica e condutividade elétrica, esta última exigida somente para os óleos diesel B S10 e B S50, conforme o Regulamento Técnico, parte integrante desta Resolução.

§ 5° A documentação fiscal e o DANFE referente às operações de comercialização do óleo diesel realizadas pelo distribuidor deverão indicar o código e descrição do produto,



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

estabelecidos pela ANP, conforme legislação vigente, além do número do Boletim de Conformidade correspondente ao produto.

§ 6º O produto, ao ser transportado, deverá ser acompanhado de cópia legível de seu Boletim de Conformidade.

§ 7º A cópia do Certificado da Qualidade recebida pelo distribuidor, no ato do recebimento do produto, deverá ficar à disposição da ANP pelo prazo mínimo de 12 (doze) meses, a contar da data de recebimento, para qualquer verificação julgada necessária.

Seção III

Das Disposições Gerais

Art. 10. A ANP poderá, a qualquer tempo, submeter produtores, importadores e distribuidores à auditoria da qualidade, a ser executada por seu corpo técnico ou por entidades credenciadas pelo Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (Inmetro), sobre os procedimentos e equipamentos de medição que tenham impacto sobre a qualidade e a confiabilidade dos serviços de que trata esta Resolução.

Art. 11. O óleo diesel A S1800 deverá conter corante vermelho, conforme especificado na Tabela III do Regulamento Técnico, parte integrante desta Resolução.

§ 1º É de responsabilidade exclusiva dos produtores ou importadores a adição de corante vermelho, conforme estabelecido pelo caput.

§ 2º Os produtores ou importadores só poderão entregar o óleo diesel A S1800 ao distribuidor, adicionado de corante vermelho.

§ 3º A partir de 1º de julho de 2012, o corante referenciado no caput deverá ser adicionado ao óleo diesel A S500 e ficará proibida à adição de corante ao óleo diesel A S1800.

Art. 12. Fica proibida a adição de corante ao óleo diesel, exceto nos casos definidos na presente Resolução.

Art. 13. Fica proibida a adição de óleo vegetal ao óleo diesel.

Art. 14. Fica autorizado o uso de óleo diesel B para fins ferroviários, agropecuários, industriais e geração de energia elétrica até que se estabeleça especificação para essas aplicações (óleo diesel não rodoviário), respeitando-se, por ora, as regras estabelecidas para a comercialização quanto ao tipo de óleo diesel B S50 e B S500, descritos nos ANEXOS I e II desta Resolução.

Seção IV

Das Disposições Transitórias

Art. 15. Para efeitos de fiscalização, as autuações por não conformidade, quanto ao teor de enxofre, à cor, à destilação (T85%) e à massa específica, só poderão ser feitas nos municípios que passarão a comercializar o óleo diesel B S500 em substituição ao diesel B S1800:

I - Na distribuição: 60 dias após a data da entrada em vigor do óleo diesel B S500;

II - Na revenda: 90 dias após a data da entrada em vigor do óleo diesel B S500.



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

§ 1º Os agentes econômicos deverão apresentar à fiscalização, os documentos comprobatórios referentes às compras efetuadas após as datas de entrada em vigor da obrigatoriedade da comercialização do óleo diesel B S500.

Art. 16. Para efeito de fiscalização, as autuações por não conformidade quanto ao item cor, nas hipóteses descritas no § 3º do art. 11 desta Resolução, só deverão ocorrer na distribuição a partir do dia 31 de agosto de 2012 e na revenda a partir de 30 de setembro de 2012.

Seção V

Das Disposições Finais

Art. 17. O não atendimento ao disposto nesta Resolução sujeita os infratores às penalidades previstas na Lei nº 9.847, de 26 de outubro de 1999, alterada pela Lei nº 11.097, de 13 de janeiro de 2005, e no Decreto nº 2.953, de 28 de janeiro de 1999, sem prejuízo das penalidades de natureza civil e penal.

Art. 18. Os casos não contemplados nesta Resolução serão objetos de análise e deliberação pela ANP.

Art. 19. Ficam revogadas a Resolução ANP nº 31, de 14 de outubro de 2009 e a Resolução ANP nº 42, de 16 de dezembro de 2009.

Art. 20. Esta Resolução entra em vigor na data de sua publicação.

HAROLDO BORGES RODRIGUES LIMA



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

## ANEXO

## REGULAMENTO TÉCNICO ANP Nº 8/2011

1. Objetivo

Este Regulamento Técnico aplica-se ao óleo diesel A e B, de uso rodoviário, para comercialização em todo o território nacional e estabelece suas especificações.

2. Normas aplicáveis

A determinação das características dos produtos será realizada mediante o emprego de normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), da ASTM International, do Comitté Européen de Normalisation (CEN) ou International Organization for Standardization (ISO).

Os dados de precisão, repetitividade e reprodutibilidade, fornecidos nos métodos relacionados a seguir devem ser usados somente como guia para aceitação das determinações em duplicata do ensaio e não devem ser considerados como tolerância aplicada aos limites especificados neste Regulamento.

A análise do produto deverá ser realizada em amostra representativa do mesmo, obtida segundo o método NBR 14883 - Petróleo e produtos de petróleo - Amostragem manual ou ASTM D4057 - Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products.

As características incluídas na Tabela de Especificações deverão ser determinadas de acordo com a publicação mais recente dos seguintes métodos de ensaio:

2.1Métodos ABNT

| MÉTODO | TÍTULO |
|---|---|
| NBR 7148 | Petróleo e produtos de petróleo - Determinação da massa específica, densidade relativa e °API - Método do densímetro |
| NBR 7974 | Produtos de petróleo - Determinação do ponto de fulgor pelo vaso fechado Tag |
| NBR 9619 | Produtos de petróleo - Destilação à pressão atmosférica |
| NBR 9842 | Produtos de petróleo - Determinação do teor de cinzas |
| NBR 10441 | Produtos de petróleo - Líquidos transparentes e opacos - Determinação da viscosidade cinemática e cálculo da viscosidade dinâmica |
| NBR 14065 | Destilados de petróleo e óleos viscosos - Determinação da massa específica e da densidade relativa pelo densímetro digital |
| NBR 14248 | Produtos de petróleo - Determinação do número de acidez e basicidade - Método do indicador |
| NBR 14318 | Produtos de petróleo - Determinação do resíduo de carbono Ramsbottom |
| NBR 14359 | Produtos de petróleo - Determinação da corrosividade - Método da lâmina de cobre |
| NBR 14483 | Produtos de petróleo - Determinação da cor - Método do colorímetro ASTM |
| NBR 14533 | Produtos de petróleo - Determinação de enxofre por espectrometria de fluorescênciade raios X (energia dispersiva) |
| NBR 14598 | Produtos de petróleo - Determinação do ponto de fulgor pelo aparelho de |



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

| | |
|---|---|
| | vaso fechado Pensky-Martens |
| NBR 14747 | Óleo diesel - Determinação do ponto de entupimento de filtro a frio |
| NBR 14759 | Combustíveis destilados - Índice de cetano calculado pela equação de quatro variáveis |
| NBR 14954 | Combustível destilado - Determinação da aparência |
| NBR 15568 | Biodiesel - Determinação do teor de biodiesel em óleo diesel por espectroscopia na região do infravermelho médio |

2.2 Métodos ASTM

| MÉTODO | TÍTULO |
|---|---|
| D56 | Flash Point by Tag Closed Cup Tester |
| D86 | Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure |
| D93 | Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester |
| D130 | Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Strip Test |
| D445 | Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity) |
| D482 | Ash from Petroleum Products |
| D524 | Ramsbottom Carbon Residue of Petroleum Products |
| D613 | Cetane Number of Diesel Fuel Oil |
| D974 | Acid and Base Number by Color-Indicator Titration |
| D1298 | Density, Relative Density (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method |
| D1500 | ASTM Color of Petroleum Products |
| D2709 | Water and Sediment in Middle Distillate Fuels by Centrifuge |
| D2274 | Oxidation Stability of Distillate Fuel Oil (Accelerated Method) |
| D2622 | Sulfur in Petroleum Products by Wavelenght Dispersive X -ray Fluorescence Spectrometry |
| D2624 | Electrical Conductivity of Aviation and Distillate Fuels |
| D3828 | Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester |
| D4052 | Density and Relative Density of Liquids by Digital Density Meter |
| D4176 | Free Water and Particulate Contamination in Distillate Fuels (Visual Inspection Procedures) |
| D4294 | Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X -ray Fluorescence Spectrometry |
| D4308 | Electrical Conductivity of Liquid Hydrocarbons by Precision Meter |
| D4737 | Calculated Cetane Index by Four Variable Equation |
| D5186 | Determination of Aromatic Content and Polynuclear Aromatic Content of Diesel Fuels and Aviation Turbine Fuels by Supercritical Fluid Chromatography |
| D5304 | Assessing Middle Distillate Fuel Storage Stability by Oxigen Overpressure |
| D5453 | Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Spark Ignition Engine Fuel, Diesel Engine Fuel, and Engine Oil by Ultraviolet Fluorescence |
| D6045 | Color of Petroleum Products by the Automatic Tristimulus Method |
| D6079 | Evaluating Lubricity of Diesel Fuels by the High-Frequency Reciprocating Rig (HFRR) |
| D6304 | Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration |



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

| | |
|---|---|
| D6371 | Cold Filter Plugging Point of Diesel and Heating Fuels |
| D6591 | Determination of Aromatic Types in Middle Distillates - High Performance Liquid Chromatography Method with Refractive Index Detection |
| D6890 | Determination of Ignition Delay and Derived Cetane Number (DCN) of Diesel FuelOils by Combustion in a Constant Volume Chamber |
| D7039 | Sulfur in Gasoline and Diesel Fuel by Monochromatic Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry |
| D7170 | Determination of Derived Cetane Number (DCN) of Diesel Fuel Oils - Fixed RangeInjection Period, Constant Volume Combustion Chamber Method |
| D7212 | Low Sulfur in Automotive Fuels by Energy-Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry Using a Low-Background Proportional Counter |
| D7220 | Sulfur in Automotive Fuels by Polarization X-ray Fluorescence Spectrometry |

2.2Métodos CEN/ISO

| MÉTODO | TÍTULO |
|---|---|
| EN 12156 | Diesel fuel - Assessment of lubricity using the high-frequency reciprocating rig (HFRR) |
| EN 12662 | Liquid petroleum products - Determination of contamination in middle distillates |
| EN 12916 | Petroleum products - Determination of aromatic hydrocarbon types in middle distillates - High performance liquid chromatography method with refractive index detection |
| EN 14078 | Liquid petroleum products - Determination of fatty acid methyl esters (FAME) in middle distillates - Infrared spectroscopy method |
| EN ISO 12937 | Petroleum products - Determination of water - Coulometric Karl Fischer titration method |

Tabela I - Especificações do óleo diesel de uso rodoviário.

| CARACTERÍSTICA (1) | UNIDADE | LIMITE | | | | MÉTODO | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | TIPO A e B | | | | ABNT NBR | ASTM/EN |
| | | S10 | S50 (2) | S500 | S1800 (3) | | |
| Aspecto | - | Límpido e isento de impurezas | | | | 14954 | D4176 |
| Cor | - | (4) | | (5)(6) | | | |
| Cor ASTM, máx. | - | 3,0 (7) | | | | 14483 | D1500<br>D6045 |

8

# PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Teor de biodiesel (8) | % volume | (9) | | | | 15568 | EN 14078 |
| Enxofre total, máx. | mg/kg | 10 | 50 | - | - | - | D2622 |
| | | - | - | 500 | 1800 | - | D5453 |
| | | | | | | - | D7039 |
| | | | | | | - | D7212 (10) |
| | | | | | | - | D7220 (10) |
| | | | | | | - | D2622 |
| | | | | | | 14533 | D4294 |
| | | | | | | - | D5453 |
| Massa específica a 20ºC | kg/m³ | 820 a 850 (11) | | 820 a 865 | 820 a 880 | 7148<br>14065 | D1298<br>D4052 |
| Ponto de fulgor, mín. | ºC | 38,0 | | | | 7974<br>14598<br>- | D56<br>D93<br>D3828 |
| Viscosidade a 40ºC | mm²/s | 2,0 a 4,5 | 2,0 a 5,0 | | | 10441 | D445 |
| Destilação | | | | | | | |
| 10% vol., recuperados | ºC | 180,0 (mín.) | Anotar | | | 9619 | D86 |
| 50% vol., recuperados | | 245,0 a 295,0 | 245,0 a 310,0 | | | | |
| 85% vol., recuperados, máx. | | - | - | 360,0 | 370,0 | | |
| 90% vol., recuperados | | - | 360,0 (máx.) | Anotar | Anotar | | |
| 95% vol., recuperados, máx | | 370,0 | - | | | | |
| Ponto de entupimento de filtro a frio, máx. | ºC | (12) | | | | 14747 | D6371 |
| Número de cetano, mín. ou Número de cetano derivado (NCD), mín. | - | 48 | 46 | 42 (13) | | -<br>-<br>- | D613<br>D6890<br>D7170 |
| Resíduo de carbono Ramsbottom no resíduo dos 10% finais da destilação, máx. | % massa | 0,25 | | | | 14318 | D524 |
| Cinzas, máx. | % massa | 0,010 | | | | 9842 | D482 |
| Corrosividade ao cobre, 3h a 50ºC, máx | - | 1 | | | | 14359 | D130 |

9

As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Água (14) | mg/kg | 200 (máx.) | Anotar | - | - | | D6304<br>EN ISO 12937 |
| Contaminação total (14) | mg/kg | 24 (máx.) | Anotar | - | - | - | EN 12662 |
| Água e sedimentos, máx. (15) | % volume | 0,05 | | | | - | D2709 |
| Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (16) | % massa | 11 (máx.) | Anotar | - | - | - | D5186<br>D6591 (17)<br>EN 12916 (17) |
| Estabilidade à oxidação (16) | mg/100mL | 2,5 (máx.) | Anotar | - | - | - | D2274 (18)<br>D5304 |
| Índice de neutralização | mg KOH/g | Anotar | | - | - | 14248 | D974 |
| Lubricidade, máx. | µm | (19) | | | - | - | D 6079<br>ISO 12156 |
| Condutividade elétrica, mín. (20) | pS/m | 25 | | - | - | -<br>- | D2624<br>D4308 |

(1) Poderão ser incluídas nesta especificação outras características, com seus respectivos limites, para o óleo diesel obtido de processos diversos de refino de petróleo e centrais de matérias-primas petroquímicas ou nos termos a que se refere o § 1º do art. 1º desta Resolução.

(2) A partir de 1º de janeiro de 2013, os óleos diesel A S50 e B S50 deixarão de ser comercializados e serão substituídos integralmente pelos óleos diesel A S10 e B S10, respectivamente.

(3) A partir de 1º de janeiro de 2014, os óleos diesel A S1800 e B S1800 deixarão de ser comercializados como óleos diesel de uso rodoviário.

(4) Coloração entre o incolor e o amarelado, podendo o tipo B apresentar-se ligeiramente alterado para as tonalidades marrom e alaranjada.

(5) Conforme disposto no art. 11, da presente Resolução, deverão ser observados os seguintes limites:

a) até 30 de junho de 2012, os indicados na nota (4) para o óleo diesel S500 e "vermelho" para o óleo diesel S1800;

b) a partir de 1º de julho de 2012, "vermelho" para o óleo diesel S500 e os indicados na nota (4) para o óleo diesel S1800.



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

# PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )

(6) O corante vermelho deve ser adicionado de forma tal que seu teor na mistura seja de 20 mg/L.

(7) Limite requerido antes da adição do corante.

(8) Aplicável apenas para o óleo diesel B.

(9) No percentual estabelecido pela legislação vigente. Será admitida variação de ± 0,5 % volume.

(10) Aplicáveis apenas para óleo diesel A.

(11) Será admitida a faixa de 820 a 853 kg/m3 para o óleo diesel B.

(12) Limites conforme Tabela II.

(13) Alternativamente, fica permitida a determinação do índice de cetano calculado pelo método NBR 14759 (ASTM D4737), para os óleos diesel A S500 e A S1800, quando o produto não contiver aditivo melhorador de cetano, com limite mínimo de 45. No caso de não-conformidade, o ensaio de número de cetano deverá ser realizado. O produtor e o importador deverão informar no Certificado da Qualidade a presença de aditivo melhorador de cetano, nos casos em que tal aditivo for utilizado. Ressalta-se que o índice de cetano não traduz a qualidade de ignição do óleo diesel contendo biodiesel e/ou aditivo melhorador de cetano.

(14) Aplicável na produção e na importação.

(15) Aplicável na importação, antes da liberação do produto para comercialização.

(16) Os resultados da estabilidade à oxidação e dos hidrocarbonetos policíclicos aromáticos poderão ser encaminhados ao distribuidor até 48 h após a comercialização do produto de modo a garantir o fluxo adequado do abastecimento.

(17) O método EN 12916 é aplicável ao óleo diesel B contendo até 5% de biodiesel. Os métodos ASTM D5186 e D6591 não se aplicam ao óleo diesel B.

(18) O método ASTM D2274 se aplica apenas ao óleo diesel A.

(19) Poderá ser determinada pelos métodos ISO 12156 ou ASTM D6079, sendo aplicáveis os limites de 460 µm e 520 µm, respectivamente. A medição da lubricidade poderá ser realizada após a adição do biodiesel, no teor estabelecido na legislação vigente.

(20) Limite requerido no momento e na temperatura do carregamento/bombeio do combustível pelo produtor e distribuidor.

Tabela II - Ponto de Entupimento de Filtro a Frio

| UNIDADES DA FEDERAÇÃO | LIMITE MÁXIMO, °C | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | JAN | FEV | MAR | ABR | MAI | JUN | JUL | AGO | SET | OUT | NOV | DEZ |
| SP - MG - MS | 12 | 12 | 12 | 7 | 3 | 3 | 3 | 3 | 7 | 9 | 9 | 12 |

11

As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

| | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| GO/DF - MT -ES - RJ | 12 | 12 | 12 | 10 | 5 | 5 | 5 | 8 | 8 | 10 | 12 | 12 |
| PR - SC - RS | 10 | 10 | 7 | 7 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 7 | 7 | 10 |

Tabela III - Especificação do corante vermelho para o óleo diesel

| Característica | Especificação | Método |
|---|---|---|
| Aspecto | Liquido | Visual |
| Color Index | Solvente Red | - |
| Cor | Vermelho intenso | Visual |
| Massa Especifica a 20ºC, kg/m³ | 990 a 1020 | Picnômetro |
| Absorvância, 520 a 540 nm | 0,600 - 0,650 | (*) |

(*) A Absorvância deve ser determinada em uma solução volumétrica de 20 mg/l do corante em tolueno P.A., medida em célula de caminho ótico de 1 cm, na faixa especificada para o comprimento de onda.

ANEXO I

Municípios nos quais deverá ser comercializado, exclusivamente, o óleo diesel B S50 e, a partir de 1º de janeiro de 2013, o óleo diesel B S10.

| ESTADO DO CEARÁ | |
|---|---|
| AQUIRAZ | HORIZONTE |
| CAUCAIA | ITAITINGA |
| CHOROZINHO | MARACANAÚ |
| EUZÉBIO | MARANGUAPE |
| FORTALEZA | PACAJUS |
| GUAIÚBA | PACATUBA |
| SÃO GONÇALO DO AMARANTE | PINDORETAMA |
| CASCAVEL | |

12

As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.

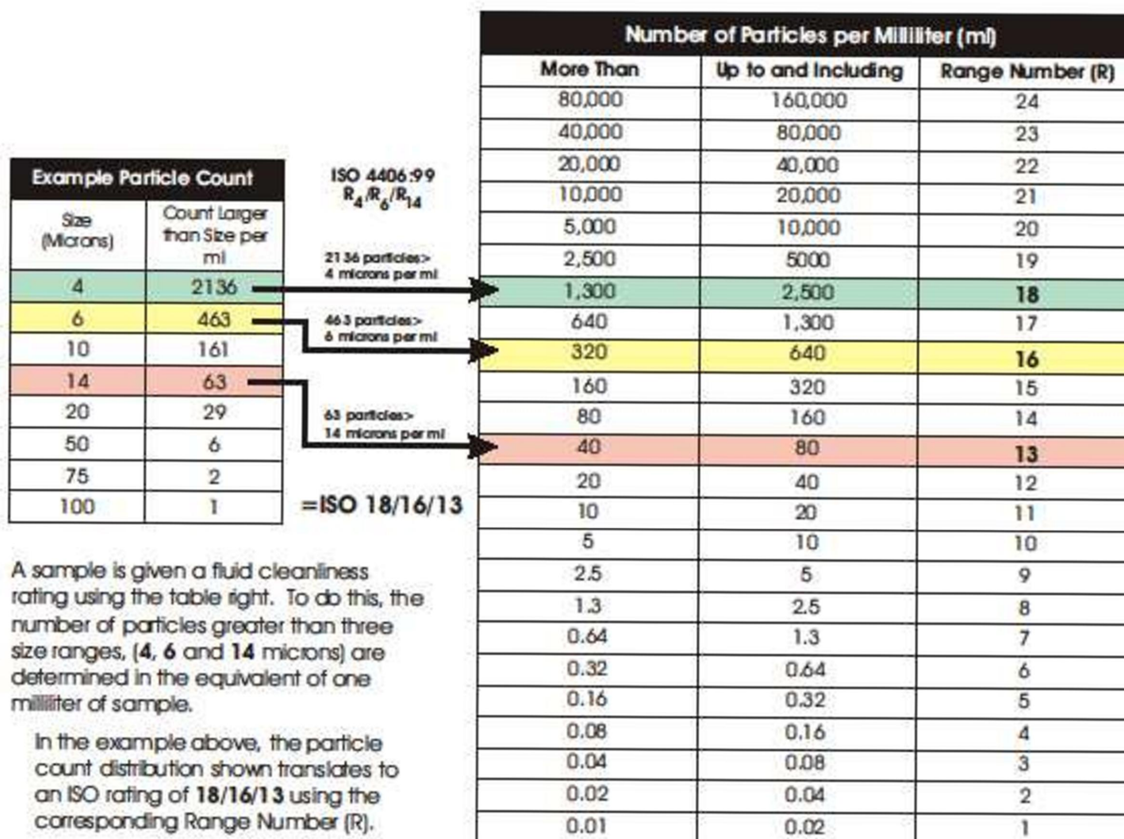
**PROCEDIMENTOS PARA ANÁLISE E COLETA DE AMOSTRA DE ÓLEO DIESEL ( B S 1800/ B S 500/ B S10 )**

## ANEXO II - ISO 4406:1999




Revised Dec. 8, 2009

# Understanding ISO Particle Counts



| Example Particle Count | |
|---|---|
| Size (Microns) | Count Larger than Size per ml |
| 4 | 2136 |
| 6 | 463 |
| 10 | 161 |
| 14 | 63 |
| 20 | 29 |
| 50 | 6 |
| 75 | 2 |
| 100 | 1 |

ISO 4406:99
$R_4/R_6/R_{14}$

2136 particles> 4 microns per ml

463 particles> 6 microns per ml

63 particles> 14 microns per ml

=ISO 18/16/13

| Number of Particles per Milliliter (ml) | | |
|---|---|---|
| More Than | Up to and Including | Range Number (R) |
| 80,000 | 160,000 | 24 |
| 40,000 | 80,000 | 23 |
| 20,000 | 40,000 | 22 |
| 10,000 | 20,000 | 21 |
| 5,000 | 10,000 | 20 |
| 2,500 | 5000 | 19 |
| 1,300 | 2,500 | **18** |
| 640 | 1,300 | 17 |
| 320 | 640 | **16** |
| 160 | 320 | 15 |
| 80 | 160 | 14 |
| 40 | 80 | **13** |
| 20 | 40 | 12 |
| 10 | 20 | 11 |
| 5 | 10 | 10 |
| 2.5 | 5 | 9 |
| 1.3 | 2.5 | 8 |
| 0.64 | 1.3 | 7 |
| 0.32 | 0.64 | 6 |
| 0.16 | 0.32 | 5 |
| 0.08 | 0.16 | 4 |
| 0.04 | 0.08 | 3 |
| 0.02 | 0.04 | 2 |
| 0.01 | 0.02 | 1 |

A sample is given a fluid cleanliness rating using the table right. To do this, the number of particles greater than three size ranges, (**4**, **6** and **14** microns) are determined in the equivalent of one milliliter of sample.

In the example above, the particle count distribution shown translates to an ISO rating of **18/16/13** using the corresponding Range Number (R).

Ref: ISO 4406:99

*...because what happens on the inside really counts*

If you have any questions about this chart, please contact your Regional Account Manager.


9321 - 48 Street
Edmonton, AB T6B 2R4
Phone: (780) 462-2400
Fax: (780) 462-2420
Toll Free: 1-877-962-2400

95 Copernicus Blvd.
Brantford, Ontario N3P 1N4
Phone: (519) 720-9700
Fax: (519) 720-9705



As informações deste documento são propriedades da Petrobras, sendo proibida a utilização fora da sua finalidade.